The People's Republic of China

EDICT OF GOVERNMENT

GB 28126 (2011) (Chinese): Imidacloprid technical material



BLANK PAGE





ICS 65.100.10
G 25



中华人民共和国国家标准

GB XXXXX—XXXX

吡虫啉原药

Imidacloprid technical material

（报批稿）

XXXX－XX－XX 发布　　　　XXXX－XX－XX 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会　发布

前　　言

本标准的第 3 章、第 5 章是强制性的，其余是推荐性的。

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准使用重新起草法修改采用FAO specification 582/TC(May 2006)《吡虫啉原药》（Imidacloprid technical material）。

本标准与FAO specification 《吡虫啉原药》（Imidacloprid technical material）的主要技术差异及原因：

——本标准增加了对干燥减量，pH值范围,二甲基甲酰胺不溶物的控制，指标项目更加全面，FAO规格未控制这三项指标。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准自实施之日起，HG 3670-2000《吡虫啉原药》废止。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会（SAC/TC 133）归口。

本标准负责起草单位：沈阳化工研究院有限公司。

本标准参加起草单位：江苏长青农化股份有限公司、南京红太阳股份有限公司，浙江海正化工股份有限公司、江苏克胜集团股份有限公司、青岛海利尔药业有限公司。

本标准主要起草人：侯春青、昝艳坤、吕良忠、刘奎涛、王天胜、王春玲、吉瑞香、李学臣。

吡虫啉原药

1 范围

本标准规定了吡虫啉原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运及验收期。

本标准适用于由吡虫啉及其生产中产生的杂质组成的吡虫啉原药。

注：吡虫啉的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录A。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 1600 农药水分测定方法（GB/T 1600-2001，CIPAC MT 30，MOD ）

GB/T 1601 农药pH值的测定方法

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605—2001 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

3 要求

3.1 外观

白色至浅褐色固体粉末，无可见外来杂质。

3.2 技术指标

吡虫啉原药还应符合表1要求。

表1 吡虫啉原药控制项目指标

项目		指标
吡虫啉质量分数/%	≥	97.0
干燥减量质量分数/%	≤	0.5
pH 值范围		5.0～8.0
二甲基甲酰胺不溶物质量分数[a]/%	≤	0.2
[a] 正常生产时,二甲基甲酰胺不溶物质量分数每3个月至少测定一次。		

4 试验方法

4.1 抽样

按GB/T 1605—2001中“商品原药采样”方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件；最终抽样量应不少于100 g。

4.2 鉴别试验

液相色谱法——本鉴别试验可与吡虫啉质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中主色谱峰的保留时间与标样溶液中吡虫啉的色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.5% 以内。

红外光谱法——试样与吡虫啉标样在4 000 cm^{-1}～400 cm^{-1}范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。吡虫啉标样红外光谱图见图1。

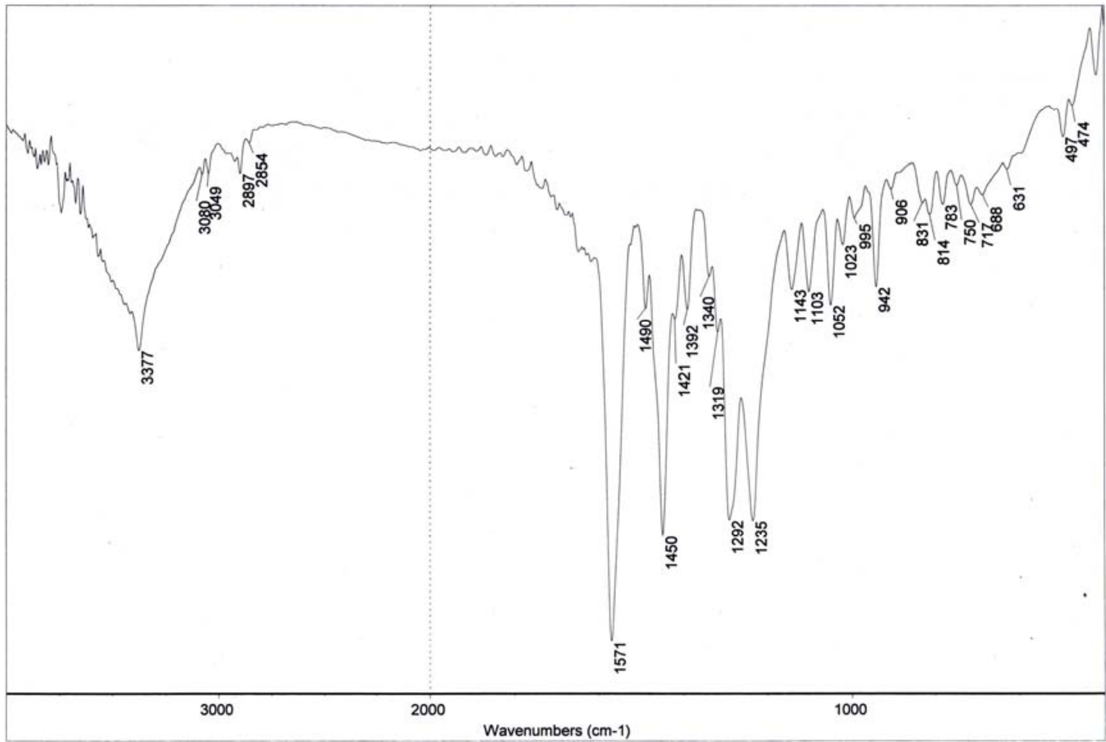


图1 吡虫啉标样的红外光谱图

4.3 吡虫啉质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样用流动相溶解，以甲醇＋水为流动相，使用以 C18 为填料的不锈钢柱和紫外检测器在波长260 nm下，对试样中的吡虫啉进行反相高效液相色谱分离和测定，外标法定量。

4.3.2 试剂和溶液

甲醇：色谱级；

水：新蒸二次蒸馏水；

吡虫啉标样：已知质量分数，ω≥99.0%。

4.3.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机或色谱工作站；

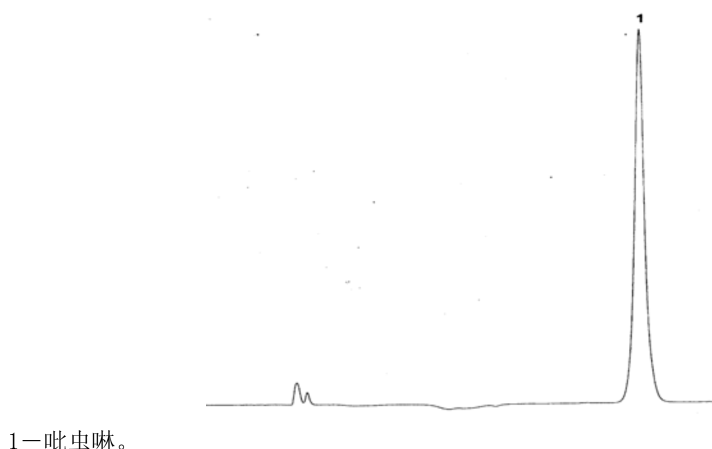
色谱柱：250 mm ×4.6 mm(i.d.)不锈钢柱，内装 C18、5 μm 填充物；

过滤器：滤膜孔径约0.45 μm；
微量进样器：50 μL；
定量进样管：5 μL；
超声波清洗器。

4.3.4　高效液相色谱操作条件

流动相：ψ(甲醇∶水)＝40∶60，经滤膜过滤，并进行脱气；
流速：0.8 mL/ min；
柱温：室温(温差变化应不大于2 ℃)；
检测波长：260 nm；
进样体积：5 μL；
保留时间：吡虫啉6.0 min。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点，对给定的操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的吡虫啉原药高效液相色谱图见图2。



1—吡虫啉。

图2　吡虫啉原药的高效液相色谱图

4.3.5　测定步骤

4.3.5.1　标样溶液的制备

称取0.1 g（精确至0.000 2 g）吡虫啉标样于100 mL容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，超声波振荡5 min使试样溶解，冷却至室温，摇匀。用移液管移取上述溶液5 mL于50 mL容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

4.3.5.2　试样溶液的制备

称取含吡虫啉0.1 g（精确至0.000 2 g）的试样于100 mL容量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，超声波振荡5 min使试样溶解，冷却至室温，摇匀。用移液管移取上述溶液5 mL于50 mL容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

4.3.5.3　测定

在上述操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针吡虫啉峰面积相对变化小于1.2%后，按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

4.3.5.4 计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中吡虫啉峰面积分别进行平均。试样中吡虫啉的质量分数按式(1)计算：

$$\omega_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot \omega}{A_1 \cdot m_2} \cdots\cdots (1)$$

式中：

ω_1——试样中吡虫啉的质量分数，以%表示；
A_2——试样溶液中，吡虫啉峰面积的平均值；
m_1——吡虫啉标样的质量，单位为克(g)；
ω ——吡虫啉标样的质量分数，以%表示；
A_1——标样溶液中，吡虫啉峰面积的平均值；
m_2——试样的质量，单位为克(g)。

4.3.6 允许差

吡虫啉质量分数两次平行测定结果之差应不大于1.2%，取其算术平均值作为测定结果。

4.4 干燥减量质量分数的测定

4.4.1 仪器和器具

称量瓶：内径 50 mm，高 20 mm；
烘箱：105 ℃±2 ℃；
干燥器。

4.4.2 测定步骤

将称量瓶放入烘箱中烘 1 h，然后放入干燥器中冷却至室温，称量（精确至 0.000 2 g）。重复上述步骤，直至称量瓶恒重为止。在称量瓶中称入 10 g 试样，铺平称量（精确至 0.000 2 g）。将称量瓶放回烘箱，不加盖烘 1 h，盖上盖，取出并放入干燥器内冷却至室温，称量（精确至 0.000 2 g）。重复上述操作，直至称量瓶和试样恒重为止。

4.4.3 计算

试样中的干燥减量质量分数按式（2）计算：

$$\omega_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \cdots\cdots (2)$$

式中：

ω_2——试样中的干燥减量质量分数，以%表示；
m_1——试样和称量瓶烘干前的质量，单位为克(g)；
m_2——试样和称量瓶烘干后的质量，单位为克(g)；
m——试样的质量，单位为克(g)。

4.4.4 允许差

两次平行测定结果之相对偏差应不大于 30%，取其算术平均值作为测定结果。

4.5 pH 值的测定

按GB/T 1601 进行。

4.6 二甲基甲酰胺不溶物质量分数的测定

4.6.1 试剂

二甲基甲酰胺。

4.6.2 仪器

锥形烧瓶：具玻璃磨口接头，250 mL；
玻璃砂芯坩埚：G_3；
烘箱：110 ℃±2 ℃。

4.6.3 测定步骤

称取试样 10 g（精确至 0.01 g），放入 250 mL 锥形瓶中，加入 60 mL 二甲基甲酰胺，振摇至所有可溶物溶解，用已恒重的坩埚过滤溶液，再用 60 mL 二甲基甲酰胺分三次洗涤锥形瓶，并抽滤。将坩埚置于烘箱中干燥 30 min，取出冷至室温，称量。

二甲基甲酰胺不溶物质量分数按式（3）计算：

$$\omega_3 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \cdots\cdots (3)$$

式中：
ω_3——二甲基甲酰胺不溶物质量分数，以%表示；
m_1——恒重后坩埚与不溶物的质量，g；
m_0——坩埚的质量，g；
m——试样的质量，g。

4.6.4 允许差

两次平行测定结果之相对偏差应不大于 30%，取其算术平均值作为测定结果。

4.7 产品的检验与验收

产品的检验与验收应符合GB/T 1604的规定。极限数值的处理采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运、安全、验收期

5.1 标志、标签、包装

吡虫啉原药的标志、标签和包装应符合 GB 3796 的规定。吡虫啉原药用衬塑铁桶装，每桶净含量一般为 50 kg、100kg 或 200 kg。也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装，但需符合 GB 3796 的规定。

5.2 贮运

吡虫啉原药包装件应贮存在通风、干燥的库房中。贮运时，严防潮湿和日晒，不得与食物、种子、饲料混放，避免与皮肤、眼睛接触，防止由口鼻吸入。

5.3 安全

本品属中等毒性杀虫剂。吞噬和吸入均有毒，可经皮肤渗入。使用本品时要戴防护镜和胶皮手套穿必要的防护衣物。施药后应用肥皂和清水冲洗。误服者应立即送医院对症治疗。

5.4 验收期

吡虫啉原药的验收期为 1 个月。从交货之日起，在 1 个月内完成产品的质量验收，其各项指标均应符合标准要求。

附 录 A
（资料性附录）
吡虫啉的的其他名称、结构式和基本物化参数

本产品有效成分吡虫啉的其它名称、结构式和基本物化参数如下：

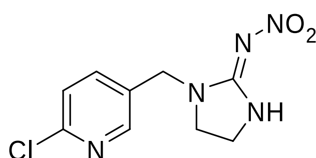
ISO通用名称：imidacloprid

CAS登录号：138261-41-3

CIPAC数字代码：582

化学名称：1-(6-氯-3-吡啶基甲基)-*N*-硝基亚咪唑烷-2-基胺

结构式：



实验式：$C_9H_{10}ClN_5O_2$

相对分子质量：255.7 (按2007年国际相对原子质量计)

生物活性：杀虫

熔点：144℃

蒸气压(20℃)：$4×10^{-7}$ mPa

溶解度(20℃，g/L) ：水 0.61，甲苯 0.68，二氯甲烷 55，异丙醇 1.2，正己烷小于 0.1

稳定性：pH值5～11时稳定，不易水解
